

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-146976

(43)Date of publication of application : 20.05.1992

(51)Int.Cl.

C09D 5/24
H01B 1/22
H05K 1/09

(21)Application number : 02-269945

(71)Applicant : ASAHI CHEM RES LAB LTD

(22)Date of filing : 08.10.1990

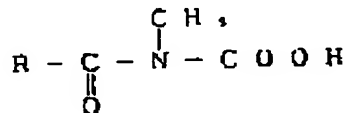
(72)Inventor : OBA YOICHI
ENOKIDO MASAFUMI
IWASAYAMA MASARU

(54) CONDUCTIVE PASTE COMPOSITION .

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title compsn. having a good electrical conductivity while preventing the oxidation of copper powder by compounding a synthetic resin contg. copper powder with specific compds.

CONSTITUTION: The title compsn. is produced by compounding a synthetic resin (e.g. a phenol resin) contg. copper powder (pref. having a particle size of 0.1-200 μm) with a compd. of the formula (wherein R is satd. or unsatd. alkyl) (e.g. sarcosinate OH or sarcosinate LH) and a basic higher aliph. amine and/or a nitrogenous heterocyclic compd. (e.g. triethanolamine or quinoline). The compsn. is free from the oxidation of copper powder and has a good electrical conductivity.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑩ 特許出願公開
⑩ 公開特許公報(A) 平4-146976

⑤ Int. Cl.³ 識別記号 庁内整理番号 ⑥ 公開 平成4年(1992)5月20日
C 09 D 5/24 PQW 7211-4 J
H 01 B 1/22 A 7244-5 G
H 05 K 1/09 D 8727-4 E
審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

④ 発明の名称 導電性ペースト組成物

③ 特 願 平2-269945

② 出 願 平2(1990)10月8日

① 発 明 者 大 場 洋 一 東京都八王子市諏訪町251番地 株式会社アサヒ化学研究
所内
① 発 明 者 榎 戸 政 文 東京都八王子市諏訪町251番地 株式会社アサヒ化学研究
所内
① 発 明 者 岩 佐 山 大 東京都八王子市諏訪町251番地 株式会社アサヒ化学研究
所内
① 出 願 人 株式会社アサヒ化学研 東京都八王子市諏訪町251番地
究所
① 代 理 人 弁理士 久米 英一

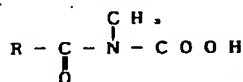
明 細 書

1. 発明の名称

導電性ペースト組成物

2. 特許請求の範囲

1) 銅粉末と合成樹脂から成る導電性ペースト組成物において添加剤として



を一般式とし、Rとして飽和または不飽和アルキル基である化合物と、塩基性高級脂肪族アミンおよび/または窒素含有異節環状化合物とを含有することを特徴とする導電性ペースト組成物。

2) 請求項1の添加剤としての塩基性高級脂肪族アミンおよび窒素含有異節環状化合物としては、トリエタノールアミン、N-シクロヘキシルジエタノールアミン、ジ-n-オクチルアミン、アルキルトリオキシエチレンアンモニウムハイドロオキサイド、N-n-ブチルジエタノールアミン、1,1',1'-ニトリロ-2-プロパノール、キノリンおよびイ

ソキノリンであることを特徴とする導電性ペースト組成物。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は導電性ペースト組成物に関し、特に銅粉末入り導電性ペースト組成物に関するものである。

近年電子機器の発展にともない、従来銅箔等のエッチングにより導体回路を形成していたものが導電性ペースト組成物を用いたスクリーン印刷による導体回路の形成へ、また導体同志の接続のためのハンダ付けが導電性ペースト組成物による接合へと移行している。

また、コンピュータ等電子機器に発生する電磁波が電波障害となり問題になっているが、電磁波シールド材料に導電性ペースト組成物を塗布することによってその問題が解決されている。

(従来の技術)

導電性ペースト組成物は導電性のフィラー、主に金属粉末と合成樹脂から成るバインダー、必要

特開平4-146976(2)

に応じて溶剤、添加剤から成る複合材料であり、組成物の性能はこれらの素材の特性および組み合わせで決まる。

従来金属粉末としては、銀、銅、ニッケル粉末は用いられたが、その導電性においては銀、銅粉末が優れているが、銀粉末は貴金属であり、価格が最も高い。コスト的には銅粉末が最も有利であるが、表面酸化膜の生成速度が早く、本来の導電性を保持することが難しい。ニッケル粉末は本来の導電性は銅粉末よりも落ちる。また、価格も一般的には銅粉末よりも高いが、銀粉末よりも安く、表面酸化膜の生成速度は銅粉末より遅く、導電性が持続しやすい。

上記に示したように、銅粉末は本来の導電性においても價格的にも、導電性組成物材料として非常に有利であるが、非導電性の酸化膜の生成が非常に速く、空気中での取扱が難しいばかりでなく、一時的に還元銅粉を用いて導電性組成物を製造してもそのままでは再び酸化が始まり電気伝導性を持たない。これを解決するために種々の提

案がなされてきた。

その方法としては、各種の添加剤を使用する方法がある。

添加剤としては、高級飽和脂肪酸および高級不飽和脂肪酸がある。例えば、特開昭58-61144号公報、58-74759号公報、58-145769号公報、61-211378号公報、62-230869号公報、62-252988号公報、63-83178号公報に記載されたバルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リノール酸等がある。上記公報に記載された還元剤としては脂肪族アミンおよび脂肪族のリン酸エステル類および金属キレート剤がある。そして、それらとしては、トリエタノールアミン、ジメチルアミン、ステアリルアミン等がある。そしてこれらは併用して使用される方法が種々提案されている。

(発明が解決するための課題)

しかしながら、銅粉末の酸化を防止する満足する添加剤は見られなかった。

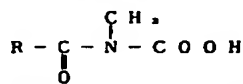
本発明は各種の添加剤の中から、添加剤の組み合わせから銅の酸化を防止する添加剤を提供する

ことを目的とする。

(課題を解決するための手段)

本発明者らは、これらについて種々検討の結果

1) 銅粉末と合成樹脂から成る導電性ペースト組成物において添加剤として



を一般式とし、Rとして飽和または不飽和アルキル基である化合物と、塩基性高級脂肪族アミンおよび/または窒素含有異節環状化合物とを含有する導電性ペースト組成物。

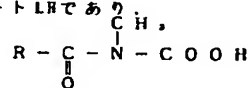
1) の添加剤としての塩基性高級脂肪族アミンおよび異節環状化合物としては、トリエタノールアミン、N-シクロヘキシルジエタノールアミン、ジ-n-オクチルアミン、アルキルトリオキシエチレンアンモニウムハイドロオキサイド、N-n-ブチルジエタノールアミン、1,1',1''-ニトリロ-2-プロパノール、キノリンおよびイソキノリンであることを特徴とする導電性ペースト組成物により解

決した。

本発明に使用する銅粉末は、通常の電解法で製造された市販品で十分であり、その粉末の形状も樹枝状、塊片状、球状いずれでも使用できる。また、その粒度は0.1乃至200ミクロンが望ましいが用途に応じて使い分けられるものであり、限定されるものではない。

本発明で使用する樹脂は、フェノール樹脂、メラミン樹脂、キシレン樹脂である。フェノール樹脂は例えば、市販されている三菱ガス化学(株)製PC-1、群衆化学(株)製PL4348Bであり、メラミン樹脂は例えば三和ケミカル(株)製ニカラックMX-708、MS-001であり、キシレン樹脂は例えば三菱ガス化学(株)製PR-1540である。

本発明に使用する添加剤(以下、添加剤Aと総称する)の例としてはサルコシネート08、サルコシネート18であ



を一般式とし、Rとしてオレイル基、ラウリル

特開平4-146976(3)

基である化合物である。

本発明に使用する塩基性高級脂肪族アミンおよび異節環状化合物としては、トリエタノールアミン、N-シクロヘキシルジエタノールアミン、ジ-n-オクチルアミン、アルキルトリオキシエチレンアンモニウムハイドロオキシサイド、N-n-ブチルジエタノールアミン、1,1',1''-ニトリロ-2-プロパノール、キノリンおよびイソキノリンである(以下、添加剤Bと総称する)。

これらの糊ペースト組成物の配合比率は糊粉は、75~95wt%好ましくは85~90wt%であり、残りはバインダーである樹脂と添加剤である。

この範囲以下、以上でも抵抗値が大きくなる。

添加剤は糊粉100重量部に対し添加剤A 0.5~10重量部好ましくは1~3重量部であり、添加剤B 0.5~10重量部好ましくは1~5重量部である。

添加剤が少ないと抵抗値が大きくなる。添加剤が多いと抵抗値を下げる効果が飽和してきて、多く入れる必要がなくなるし、場合によっては塗膜

でガラス粉により塗布し、得られた塗膜3(硬化後の膜厚はほぼ50μm)を150℃、15分間硬化した後、マイクロメータで、電気抵抗を測定し、それを3で割って面積抵抗値を求めた。単位はΩ/□である。その結果は下記の通りである(この方法を簡略法と称する)。

本発明に使用する添加剤Aとして、サルコシネートOH、サルコシネートLHである。

添加剤A	面積抵抗値(Ω/□)
サルコシネートOH	100
サルコシネートLH	75
なし	30×10 ³

実施例2

次に各粒の添加剤が有効であるか次の方法で試験した。

本発明に使用する添加剤としては、サルコシネートLHを用い、塩基としてトリエタノールアミン、N-シクロヘキシルジエタノールアミン、ジ-n-オクチルアミン、アルキルトリオキシエチレン

強度の低下をもたらす。

(実施例)

本発明を実施例に基づいて詳細に説明する。

実施例1

1)

以下の配合で糊ペーストを作製した。

配合	糊粉	85g
	樹脂	24g
	添加剤A	2g

これらを分散硬化の役ロール3回廻して糊ペーストを得た。

2)

第1図に示すように、プラスチック板(ガラス繊維補強エポキシ樹脂積層板)に糊箔を張り付けた幅3cm×長さ5cmの糊張り積層板の中央部4の糊箔をエッチングして除き、プラスチック板1の両端部に1.5cm幅の糊箔部2および2を挟んだ芯板A(基板Aの両端部2および2間の距離3cmである)を用意し、第2図に示すように基板Aに、導電性塗料を1cm幅に、セロテープ一枚分の厚さ

アンモニウムハイドロキシサイド(Texanol L-7)、N-n-ブチルジエタノールアミン(BDEA)、1,1',1''-ニトリロ-2-プロパノール(NTP)、キノリン(10)およびイソキノリン(10)を試験した。

配合

糊粉	340g	Aペースト
樹脂	95g	
添加剤A	8g	
Aペースト	50g	A[B]
添加剤B	1.5g	

Aペースト50gに添加剤Bを1.5g混ぜていく。

添加剤

A-1 サルコシネートLH

B-1 トリエタノールアミン

B-2 1,1',1''-ニトリロ-2-プロパノール

B-3 N-シクロヘキシルジエタノールアミン

B-4 N-n-ブチルジエタノールアミン

B-5 キノリン

B-6 イソキノリン

特開平4-146976(4)

例として

ペースト No	添加剤
A1B1	A B
	サロコナートLB / トリエタノールアミン

なお、B0は添加剤としてB成分を含まないことを示す比較例である。

印刷条件

テトロン180 メッシュ乳剤厚さ15 μ を用い
スクリーン印刷で紙フェノール(FR-2)およびガラエポ基板上(FR-4)に(第3図)塗布面積が以下のサイズになるように塗布した。

試料 大中小の試料

大 2 × 2cm

中 1 × 1cm

小 0.5 × 0.5cm

硬化条件

150℃ × 15分、170℃ × 15分

確認項目

初期面積抵抗値および硬化後膜(膜厚15~20

μ)を更に60分煮沸した後の面積抵抗値(煮沸後)と、硬化後更に260℃で5分固熱処理した場合のデータを加熱ごとを求めた。

結果は第1表に示す。

第 1 表

	F R - 2				F R - 2							
	150℃×15分	煮沸後	170℃×15分	煮沸後	150℃×15分	煮沸後	150℃×15分	加熱後	170℃×15分	煮沸後	170℃×15分	加熱後
A1B1 大	333 Ω	519 Ω	126 Ω	328 Ω	176 Ω	3.2 Ω	216 Ω	55 Ω	117 Ω	242 Ω	115 Ω	67 Ω
中	238 Ω	co	126 Ω	313 Ω	170 Ω	3.0 Ω	233 Ω	63 Ω	115 Ω	235 Ω	122 Ω	70 Ω
小	125 Ω	3.2 Ω	79 Ω	172 Ω	104 Ω	699 Ω	124 Ω	43 Ω	68 Ω	117 Ω	62 Ω	58 Ω
A1B2 大	348 Ω	9.1 Ω	148 Ω	288 Ω	157 Ω	675 Ω	286 Ω	67 Ω	95 Ω	170 Ω	83 Ω	48 Ω
中	317 Ω	6.8 Ω	128 Ω	250 Ω	163 Ω	842 Ω	332 Ω	68 Ω	106 Ω	178 Ω	93 Ω	58 Ω
小	239 Ω	3.0 Ω	101 Ω	118 Ω	137 Ω	675 Ω	288 Ω	50 Ω	85 Ω	175 Ω	72 Ω	44 Ω
A1B3 大	733 Ω	30.7 Ω	162 Ω	273 Ω	200 Ω	709 Ω	280 Ω	85 Ω	84 Ω	121 Ω	100 Ω	77 Ω
中			192 Ω	282 Ω	215 Ω	622 Ω	274 Ω	79 Ω	82 Ω	115 Ω	92 Ω	70 Ω
小	304 Ω	2.7 Ω	85 Ω	191 Ω	184 Ω	614 Ω	178 Ω	58 Ω	59 Ω	88 Ω	84 Ω	68 Ω
A1B4 大	370 Ω	41.3 Ω	228 Ω	532 Ω	256 Ω	1.2 Ω	398 Ω	117 Ω	205 Ω	372 Ω	175 Ω	135 Ω
中	329 Ω	10.0 Ω	210 Ω	585 Ω	389 Ω	1.6 Ω	587 Ω	169 Ω	252 Ω	443 Ω	276 Ω	172 Ω
小	217 Ω	5.9 Ω	146 Ω	357 Ω	215 Ω	790 Ω	357 Ω	143 Ω	189 Ω	371 Ω	172 Ω	139 Ω
A1B5 大	195 Ω	584 Ω	124 Ω	192 Ω	150 Ω	268 Ω	188 Ω	217 Ω	167 Ω	271 Ω	120 Ω	160 Ω
中	220 Ω	731 Ω	127 Ω	180 Ω	179 Ω	337 Ω	245 Ω	305 Ω	197 Ω	320 Ω	167 Ω	226 Ω
小	174 Ω	416 Ω	100 Ω	136 Ω	127 Ω	234 Ω	154 Ω	187 Ω	124 Ω	187 Ω	130 Ω	181 Ω
A1B6 大	110 Ω	167 Ω	95 Ω	118 Ω	110 Ω	155 Ω	113 Ω	288 Ω	102 Ω	124 Ω	93 Ω	113 Ω
中	110 Ω	164 Ω	98 Ω	122 Ω	127 Ω	177 Ω	128 Ω	262 Ω	122 Ω	149 Ω	110 Ω	136 Ω
小	95 Ω	133 Ω	89 Ω	106 Ω	108 Ω	152 Ω	89 Ω	154 Ω	90 Ω	106 Ω	95 Ω	118 Ω
A1B0 (大中小平均)	460 Ω	4.1 Ω	370 Ω	524 Ω	850 Ω	18 Ω	256 Ω	370 Ω	850 Ω	435 Ω	256 Ω	616 Ω

サルシネートLBと塩基性高級脂肪族アミンおよび窒素含有異節環状化合物の併用の効果がある。

(発明の効果)

本発明の添加剤は導電性が良く、添加剤としての効果があり各種の基板に利用できる。

4. 図面の簡単な説明

第1図、第2図は、本発明の導電性ペーストの簡略テストを試験するプラスチック板の平面図である。

第3図は、本発明の導電性ペーストの本試験を試験する紙フェノールおよびガラエボ基板の上の導電性ペーストの塗布の平面図である。

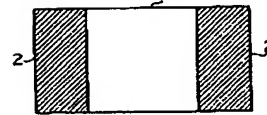
1---プラスチック板 3---導電性塗膜
2---簡略

特許出願人 株式会社アサヒ化学研究所
代理人 弁理士 久米 英一

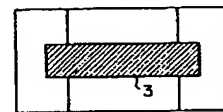
特開平4-146976(5)

図面の淨意(内容に変更なし)

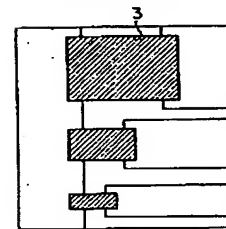
第1図



第2図



第3図



手続補正書

平成3年2月8日

特許庁長官殿

1. 事件の表示
平成2年特許口第269945号
2. 発明の名称
導電性ペースト組成物
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
住所 東京都八王子市諏訪町251番地
名称 株式会社アサヒ化学研究所
4. 代理人(第18)
住所 東京都三田市上辺谷8丁目2番4号
TEL 0422(47)924
氏名 (7008) 弁理士 久米 英一
5. 補正命令の日付 (発送日) 平成3年1月22日
6. 補正の対象 図面
7. 補正の内容
『図面に最初に添付した図面の淨意・別紙のとおり(内容に変更なし)』

特許
3 2. 8